

Ni 基耐熱合金のクリープに起因した微細組織と超音波特性の変化

大谷 俊博*

Creep-Induced Microstructural Evolution and Ultrasonic Characterization in a Nickel-Based Super-Alloy

Toshihiro OHTANI

Abstract:

We studied microstructure changes of a Nickel-based super-alloy (Waspaloy) subjected to a tensile stress at 1073 K. We monitored the shear-wave attenuation and velocity using electromagnetic acoustic resonance (EMAR). The attenuation peaks 35% and 40% of creep life, being independent of applied stress. A drastic change in dislocation mobility and arrangement interrupted this novel attenuation phenomenon, as supported by SEM and TEM observation. The relationship between attenuation change and microstructural evolution can be explained with the string's model. EMAR demonstrates a potential for assessing damage advance and predicting the remaining creep life of metals.

KEY WORDS : Creep damage, Ni-based super-alloy, EMAR, ultrasonic attenuation, non-contact evaluation, dislocation.

要旨:

Ni基耐熱合金ワスパロイの1073Kの温度下での単軸クリープ中の微細組織の変化を調べた。電磁超音波共鳴法(EMAR法)を用いてクリープ損傷中の横波の減衰係数と音速の変化を調べた。減衰はクリープ寿命の35~40%の間で超音波減衰は極大値を示し、これは負荷応力に依存していなかった。この現象はクリープの進行にともなう転位組織の変化、特に転位の可動性に起因することがわかった。そのことは透過型電子顕微鏡による転位組織の観察から裏づけられた。また弦モデルを用いて減衰と微細組織の変化の関係を説明することができた。EMAR法は、金属材料のクリープ損傷評価と寿命予測を行える可能性を持っていることを示した。

キーワード : クリープ損傷, Ni基耐熱合金, 電磁超音波共鳴法, 超音波減衰, 非接触評価, 転位.

1. はじめに

火力発電プラントの構成材料の経年劣化においてクリープ損傷は重要な問題である^{(1)~(4)}。現在、クリープ損傷を評価する方法としてレプリカ法が広く使われている^{(5),(6)}。しかし、この手法は、現場の熟練者の経験的な判断で行なわれる場合が多く、膨大な時間と労力を要し、限られた範囲の検査にしか適用できないという問題点がある。また、クリープ損傷では運転時間の経過とともに損傷が累積されるが、その損傷は構成材料全体に広がり、必ずしも表面から損

傷して行くとは限らないという特徴をもつ⁽⁷⁾。そこで、クリープ損傷評価には、材料内部の組織変化が検出可能で、非破壊的に広範囲の計測が容易な検査手法が熱望されている。

本研究では、上述の条件を満足すると思われる電磁超音波共鳴法 (Electromagnetic Acoustic resonance: EMAR法)⁽⁸⁾を用いて金属材料のクリープ損傷と超音波特性の変化、特に減衰係数との関係を解明し、EMAR法の実機への適用性について議論する^{(9),(10)}。EMAR法は、非接触で超音波を送受信できる電磁超音波探触子 (Electromagnetic Acoustic Transducer: EMAT)を共鳴測定に適用した計測手段である。EMAR法による超音波減衰測定では、接触

*湘南工科大学 工学部 機械工学科 教授

に関わるエネルギー損失がなく、材料の高精度な超音波減衰係数の測定が可能である。試験片には、ジェットエンジンやガスタービンの部材として良く使われる Ni 基耐熱合金ワスパロイを用いた。大気中、数種類の単軸応力を負荷し、クリープ損傷の進行にともなう超音波特性的変化を調べた。EMAT としては、板材の厚さ方向に横波を受送信する横波 EMAT⁽⁹⁾を用いた。クリープ試験中の伸びと時間の関係に基づき、修正 0 法⁽¹¹⁾と破断パラメータ P_a ⁽¹²⁾から破断寿命を推定し、試験終了時の寿命消費率を求めた。その結果、寿命消費率と減衰係数の間にはよい相関関係が認められた。また、減衰係数はクリープ寿命の 35～40%の間でピークを示した。これは負荷応力に依存していなかった。光学顕微鏡、走査型および透過型電子顕微鏡による内部組織観察から、減衰係数は、クリープの進行にともなう転位組織の変化に反応して変化することがわかった^{(9),(10)}。

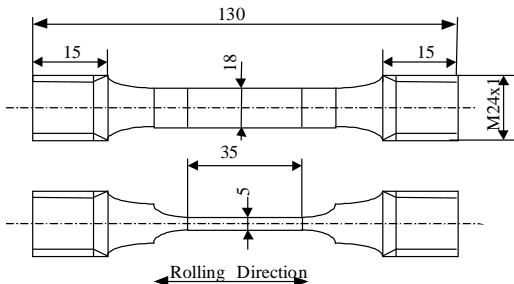


Fig.1 Specimen geometry

Table1. Chemical composition of Waspaloy [wt%]

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Ti	Al	Fe	Co	Zr	B
0.07	0.04	0.01	0.004	0.001	0.02	BAL	19.59	4.14	2.92	1.33	0.58	13.17	0.05	0.004

2. 実験方法

2.1 試験片と試験条件

本研究に用いた試験片の形状を Fig.1 に示す。幅 18 mm、長さ 35 mm、厚さ 5 mm であり、いずれも引抜き方向は、長手方向である。素材は市販の Ni 基耐熱合金ワスパロイを用いた。熱処理方法は、固溶体化：1313K、1 時間保持後水冷、安定化：1118K、4 時間保持後水冷、時効：1033K、16 時間保持後水冷を行った。化学的成分を Table 1 に、室温及び 1073K における機械的性質は、0.2%耐力が 996 MPa、689 MPa、引張強さが 1400 MPa、772 MPa、破断伸びが 22.3%、22.4%であった。

クリープ試験は、縦型単レバー式クリープ試験機と加熱電気炉を用い、大気中 1073K で行った。またクリープ試験材と隣接して参照試料を置き、熱履歴だけの影響を調べた。

1) 中断試験法：1 本の試験片に対して、定期的にクリープ試験を中断し、室温にて超音波特性を計測した後、試験を再開する。これを破断に至るまで繰り返す。荷重負荷時間は 20h または 100h とした。応力は 140, 150 と 160 MPa を用いた。

2) 連続試験法：多数の試験片を用意し、それぞれを所定のクリープひずみに至るまでクリープ試験を行い、その後、室温にて超音波特性を計測する。応力は 140MPa とした。

中断試験においては、一本の試験片について超音波特性的変化を観察できるため、実機の定期点検での計測に近い状況である。一方、超音波特性的変化の要因を議論するためには、内部組織の変化を組織観察する必要があるため、連続試験も必要であった。

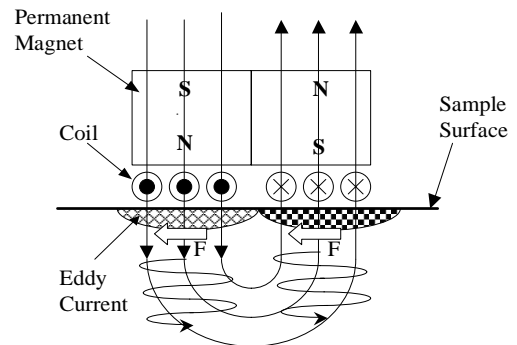


Fig.2 Structure of shear-wave EMAT

2.2 横波 EMAT

横波 EMAT は、トラック状に巻いた平面コイルと一対の永久磁石からなり、ローレンツ力を利用して、試料表面に垂直に伝播する横波を受送信する(Fig.2 参照)。ここで用いた横波 EMAT の受送信の有効面積は 10 x 10 mm² である。EMAR 法の計測原理と減衰係数の計測方法は文献(8)に示されている。

EMAT を高出力のバースト波信号(～1000V_{p-p}, ～50μsec)で励起し、測定物に超音波を入射する。入射された超音波は板の両面で反射を繰り返し、入射面に到達するたびに、同じ EMAT によって電気信号に変換される。受信信号にはスーパーヘテロダイン処理を行い、入射波と同一周波数成分の振幅を検出している⁽¹³⁾。

共鳴スペクトルは、送信周波数を掃引しながら個々の周波数で振幅を検出することによって得られる。板材の場合、 n 次の共鳴周波数 f_n は式(1)で表され、等間隔に現れる。

$$f_n = \frac{nV}{2d} \quad (1)$$

ここで、 V は測定物中での横波音速、 d は板厚である。減衰係数を求めるには、各共鳴周波数で EMAT を励起して共鳴状態をつくり、励起後の残響を測定することで減衰曲線を得る⁽⁸⁾。この曲線に指数関数を近似して減衰係数 α （単位時間当たりの減衰）を決定する⁽⁸⁾。

2.3 組織観察

光学顕微鏡(OM)、走査型電子顕微鏡 (SEM)、透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いて組織観察を行った。TEM 用試料はワイヤーカットにより厚さ 200 μm 程度まで薄く切り出した後、電解研磨にて作製した。電解研磨に用いた溶液は 10%過塩素酸-エタノールである。観察には(株)日立製作所製 H-800 透過型電子顕微鏡（加速電圧 200kV）を用いた。これらの組織観察写真をスキャナーでコンピュータに取り込み、その後の解析に用いた。

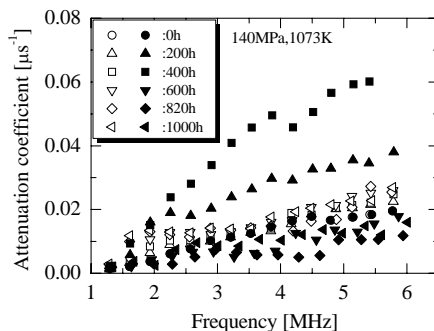


Fig.3 The frequency dependence of the attenuation coefficient, α , in *Interrupted test* (1073 K, 140 MPa). The polarization is parallel to the stress direction. Solid marks are the data of the reference sample and the open marks are for crept sample. The rupture life is 1024.5 h.

3. 結 果

3.1 中断試験法

クリープ試験片に 140MPa, 150MPa と 160MPa の応力を負荷した。Fig. 3 にクリープ進展に伴う横波の共鳴周波数（1～6 MHz）における減衰係数 α の変化を示す。この結果は、1073K, 応力 140MPa でクリープ試験をしたものである。破断時間 1024.5h であった。横波の偏方向は、荷重方向と平行である。また、参照試験片での減衰係数の変化も示している。減衰係数は周波数依存性を示すとともに、クリープ開始から 400h まで増加し、その後減少している。そ

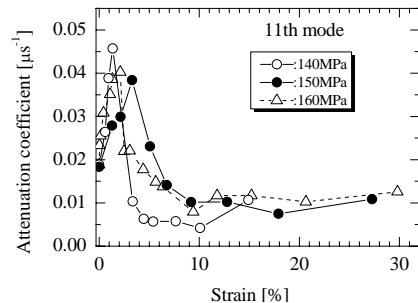


Fig.4 The relationship between the creep strain and the attenuation coefficients for 160, 150 and 140 MPa at the 11th resonant mode in *Interrupted test*. The rupture lives are 480.9 h for 160MPa, 518.9 h for 150MPa and 1024.5 h for 140MPa.

れに対し、参照試験片では減衰係数の変化は小さい。

Fig. 4 に約 3.5MHz（第 11 共鳴モード）の共鳴周波数での減衰係数とクリープひずみの関係を示す。この結果は、応力 140MPa, 150MPa, 160MPa に対するものである。破断時間は 480.9h, 518.9h, 1024.5h であった。減衰係数は、クリープ試験開始からひずみが 2%から 3%までは急激に増加し、ピークを示した後、ひずみが約 5～7%になるまで急激に減少する。その後は破断までほぼ一定である。減衰係数は、クリープひずみに明瞭には依存していない。この変化は他の共鳴周波数でも同様であった。

減衰係数 α , 相対音速変化 $\Delta V/V_0$ (ΔV : 初期音速との差, V_0 : 初期の音速), クリープひずみとクリープ時間および寿命消費率 t/t_r (クリープ時間/破断時間) との関係を図 5 に示す。共鳴周波数は 3.5MHz 近傍（第 11 共鳴モード）で応力は 140MPa である。 α は、クリープ開始から増加し、 $t/t_r=0.4$ でピークを示す。その後 $t/t_r=0.5$ まで減少し、破断までほぼ一定に

なる。一方, $\Delta V/V_0$ は $t/t_r=0.2$ までは 0.4% 程度増加し, その後 α が極大を示す $t/t_r=0.5$ で減少し, その後はほとんど変化せず, 破断直前で減少する。最大変化量は 3% 程度である。 α の極大値と音速の極小値が同時期 $t/t_r=0.5$ で起こった。このような α や $\Delta V/V_0$ の変化は単調ではないため, クリープ損傷評価には音速と減衰係数を併用することが有効な手段となる。この変化は他の応力や他の共鳴周波数でも同様であった。

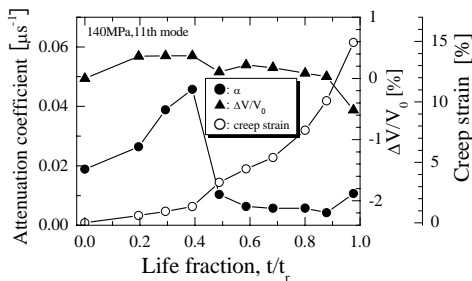


Fig.5 The relationship between α , $\Delta V/V_0$, creep strain, and the life fraction, t/t_r , at the 11th resonant mode under 140 MPa in *Interrupted test*.

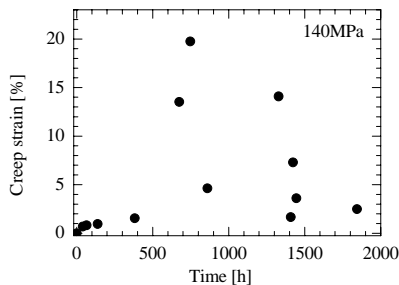


Fig.6 The creep strains reached versus times in *Continuous test* (140 MPa, 1073 K).

3.2 連続試験法

9本の試験片を用いて異なるクリープひずみの試験片を作成した。応力は, 破断寿命の長い 140 MPa を用いた。その時に得られた試験片のクリープひずみと時間の関係を Fig.6 に示す。個々の点がそれぞれ一つの試験片を表す。クリープひずみとクリープ時間は良い相関関係を示していない。つまりクリー

プ時間が長い程, クリープひずみが大きいわけではなく, 同一条件のクリープ試験を行ってもクリープ時間とクリープ損傷の間に強い相関関係はない。言い換えると, 時間はクリープ損傷の目安とはならない。

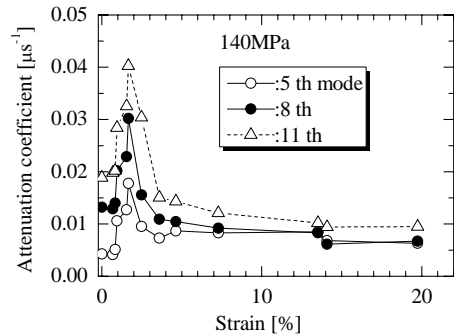


Fig.7 The relationship between creep strains versus the attenuation coefficients at the 5th, 8th, 11th resonant modes in *Continuous test*. The polarization is parallel to the stress direction.

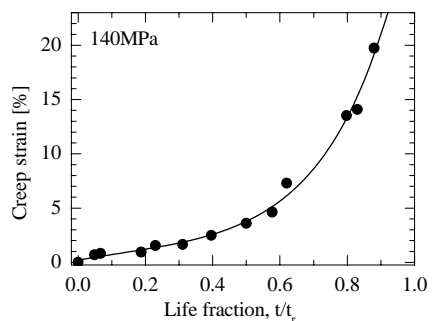


Fig.8 The creep strain reached versus estimated life fraction in *Continuous test* (140 MPa, 1073 K).

次に 5 次, 8 次, そして 11 次モードにおける減衰係数とひずみの関係を Fig.7 に示す。減衰係数はひずみが約 2% まで増加を示し, ピークに達した後 4% まで減少しその後ほぼ一定になる。連続試験法でも中断試験法と同様なピーク現象は見られる。ピークが現れるひずみもほぼ等しい。この変化は他のモードで

も同様の変化であった。以上から、クリープひずみと減衰係数に単調ではないが密接な関係のあることがわかった。個々の試験片の破断時間や破断ひずみが等しいなら、これを寿命評価に役立てることが可能であるが、これらは試験片や応力で異なる。そこで、それぞれの試験片のクリープ曲線から寿命消化率を推定し、減衰係数と対比した。推定寿命消費率 t/t_r は、丸山らが提案した改良θ法⁽¹¹⁾と破断パラメータ P_α ⁽¹²⁾を用いて、推定破断時間 t_r を求め、実際のクリープ時間 t を除して t/t_r を求めた。Fig.8に、推定寿命消費率 t/t_r とクリープひずみの関係を示す。クリープひずみ変化が、1本の曲線で整理され、 t/t_r とクリープひずみには良い相関関係があることがわかる。

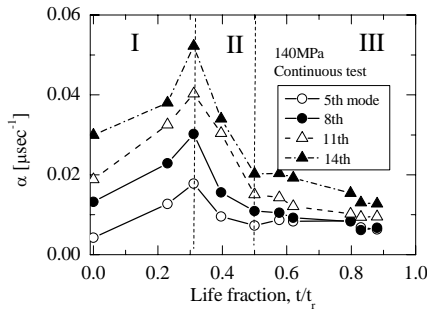


Fig.9 The relationship between the attenuation coefficients of the 5th, 8th, 11th and 14th resonant modes and the estimated life fraction in *Continuous test* (140MPa, 1073K).

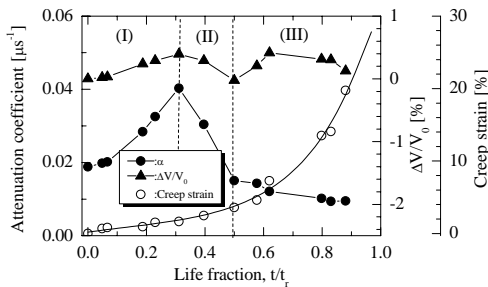
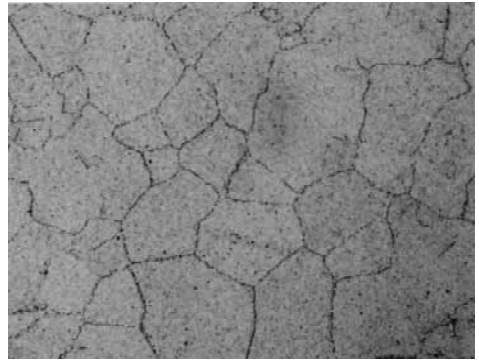


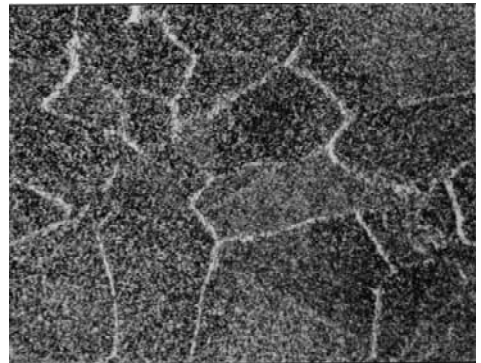
Fig.10 The relationship between α , $\Delta V/V_0$, creep strain, and t/t_r , at the 11th resonant mode under 140 MPa in *Continuous test*.

次に、Fig.7の結果において横軸を推定寿命消費率 t/t_r に変換した結果をFig.9に示す。減衰係数 α は $t/t_r = 0.3$ まで増加を示し、ピークに達した後 $t/t_r = 0.5\%$ まで減少しその後ほぼ一定になる。

第11共鳴モードの減衰係数 α 、相対音速比 $\Delta V/V_0$ (ΔV :初期音速との差、 V_0 :初期の音速)、クリープひずみと推定寿命消費率 t/t_r の関係をFig.10に示す。この結果は、Fig.5の中断試験の結果と同じ傾向である。このことは試験法(中断、連続)による組織変化の違いがないことを示している。したがって、連続試験法で得た試験片の内部組織を観察することで、クリープ進行にともなう超音波特性変化の要因を知ることができる。



(a) $t/t_r=0$



(b) $t/t_r=0.6$

Fig.11 Optical micrographs (a) before creep and (b) at $t/t_r=0.6$ in *Continuous test* (140MPa, 1073K).

4. 考 察

クリープ損傷にともなう多様な組織変化の中から、減衰係数に影響を及ぼす因子を取り上げ^{(14),(15)}、それぞれについて定量的検討をした。ボイドや微小き裂はごく末期以外で発生していなかったのを除く。

- 1) 結晶粒界による散乱.
- 2) 析出物による散乱.
- 3) 転位による吸収.

4.1 結晶粒界による散乱

Fig.11 にクリープ前 ($t/t_r = 0$) と $t/t_r = 0.6$ の試料の光学顕微鏡による組織写真を示す。応力方向は写真の長手方向である。クリープ前には粒内および粒界に析出物が見られる(Fig.11(a))。一方、 $t/t_r = 0.6$ では、粒界には析出物が見られなくなった(Fig.11(b))。これらの組織写真をコンピュータに取り込み、個々の結晶粒の面積を計算し、結晶粒が球状であると仮定して、平均結晶粒径を求めた。その結果を Fig.12 に示す。クリープによって結晶粒径はほとんど変化していなかった。その増加量は $3\sim 5\mu\text{m}$ ほどであった。結晶粒径が、超音波の波長に比べて十分小さい場合、粒界での散乱による減衰 α_s は式(2)で表される^{(14),(15)}。

$$\alpha_s = Sd^3 f^4 \quad (2)$$

ここで、 S は散乱因子と呼ばれる定数、 d は平均結晶粒径、 f は周波数である。減衰係数の変化は、ほぼ一定である粒径変化とは対応していない。よって結晶粒による散乱の減衰係数への寄与は小さく、粒径変化の効果も無視してよい。

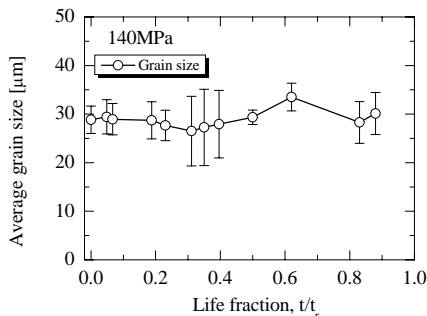
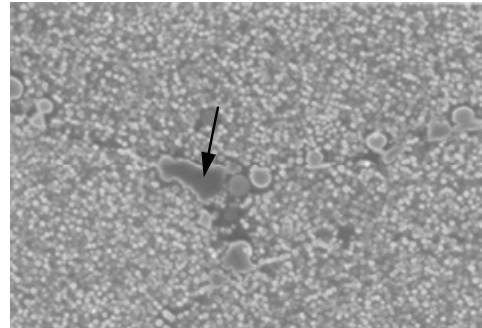
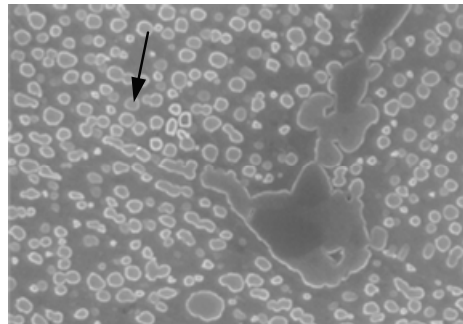


Fig.12 Change of the average grain size as creep progress in *Continuous test* (140MPa, 1073K).



(a) $t/t_r = 0$



(b) $t/t_r = 0.5$

Fig.13 Scanning electron micrographs (SEM) (a) before creep and (b) at $t/t_r = 0.5$ in *Continuous test* (140MPa, 1073K).

4.2 析出物による散乱

Fig. 13 に $t/t_r = 0, 0.5$ の試料の SEM 観察の結果を示す。析出物は粒界、粒内に現れている。この析出物 (Fig.13 の中の矢印) をエネルギー分散型 X 線分析装置 (EDX) で分析したところ、Al-Ti-Ni の金属間化合物 γ' であることがわかった。クリープ前 ($t/t_r = 0$) の Fig.13(a) では、粒内に $0.05\mu\text{m}$ の微細な γ' 粒子が緻密かつ均一に分布し、粒界では $1\mu\text{m}$ 程度の Cr 系炭化物の介在物が点在している。クリープが進行すると (Fig.13(b), $t/t_r = 0.5$)、 γ' 粒子が粗大化して、その間隔が広がっている。また結晶粒界近傍の γ' がなくなり、Fig. 11(b) で見られるように結晶粒界近傍が白い帯になる。SEM 観察写真をコンピュータに取り込み、粒内の γ' 粒子の粒径と数密度を測定した結果を Fig. 14 に示す。 γ' 相の粒径はクリープ開始から $t/t_r = 0.5$ まで増加し、その後一定になる。一

方, 数密度はクリープ開始から急激に減少し $t/t_r = 0.5$ 程度から一定になる。寿命前半で γ' の凝集・粗大化が終了する。 γ' 粒子の大きさは平均で $0.2\mu\text{m}$ 程度であった ($t/t_r = 0.5$)。これは観察している超音波の波長 ($>0.3\text{mm}$) より十分小さく, Rayleigh 散乱領域を考える必要がある。このとき, 減衰係数 α_s は式(3)で表わされる^{(14),(15)}。

$$\alpha_s = n\gamma/2 \sim Ca^2(ka)^4, (ka \ll 1) \quad (3)$$

ここで, n は散乱体の数密度, γ は散乱断面積, k は超音波の波数, a は散乱体の半径, そして C は散乱体の体積密度と性状 (析出物あるいはボイド) から決まる定数である。また, SEM 観察の結果をもとに式(3)から実際に α_s を計算したところ, $\alpha_s = 0.01 \times 10^{-12} \mu\text{s}^{-1}$ となり, 実測値の 1% にも達しない。したがって, γ' 粒子による散乱は本測定 of α の変化にほとんど関与していないと結論できる。以上より, α は転位による吸収を反映していると考ええる。

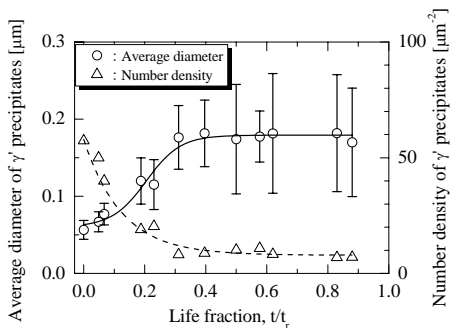


Fig.14 Change of the average diameter and number density of γ' phase as the creep progress in *Continuous test* (140MPa, 1073K).

4.3 転位による吸収

超音波による変動応力が加わったとき, 転位はこれと共に振動し, 超音波エネルギーが吸収されると考えられている。GranatoとLücke は, このような転位の振動を, 粘弾性体中の弦の振動としてモデル化し⁽¹⁶⁾, 減衰係数 α と転位密度 Λ , 平均転位長さ L との関係以下のように導いた。

$$\alpha = A_1 \Lambda L^4 f^2 \quad (4)$$

ここで, A_1 は正の定数であり, 剛性率, ポアソン比, 転位運動の比粘弾性係数, バーガースベクトルに依存する。 f は周波数である。このモデルによると, 減衰係数は転位密度 Λ と転位の平均長さ L の 4 乗に比例する。転位を釘付けする因子として転位網, 格子間不純物原子や点欠陥がある。ただし, 注意すべきことは, 式(4)がすべての転位を対象としているわけではなく, 可動転位すなわち超音波のような低応力波に対しても振動できる転位だけを対象にしていることである。結晶粒界や γ' 粒子周辺に堆積している転位は, α に貢献できない。したがって可動転位は結晶粒界, 析出物や γ' 粒子に堆積した転位を除いたもので, これらが減衰の原因となる。電磁超音波共鳴法で測定した減衰係数は, 多結晶純銅や低炭素鋼の疲労損傷^{(17)~(19)} や SUS304 鋼や 2.25Cr-1Mo 鋼の高温クリープ損傷^{(20),(21)} にもなる転位構造の変化を検出できることが明らかとなっている。それゆえ, 本研究の減衰係数の変化もこれを反映していることは十分に考えられる。

そこで, クリープ中の転位組織の変化を TEM 観察した結果を Fig.15 に示す。Fig.15 (a) はクリープ前の状態を, Fig.15 (b)~(d) は, それぞれ $t/t_r = 0.23, 0.5, 0.88$ 付近の組織を示す。クリープ前の組織では, 粒径が $0.05\mu\text{m}$ 以下の微細な γ' 粒子が緻密かつ均一に分布している。その間隔は $0.05\mu\text{m}$ 程度である。転位密度は低く, 転位は γ' 粒子間を連なるように分布している。転位長さは $0.5\mu\text{m}$ から $0.6\mu\text{m}$ である。Fig.15 (b) は Fig.9 において α が極大値を示した組織より前である。転位密度は高くなり, γ' 粒子に絡みついた転位線が見られる。 γ' 粒子の凝集・粗大化により, γ' の数密度が減少し, 粒径は増加している。その大きさは $0.2\mu\text{m}$ 程度のものが多い。この結果として γ' 粒子の間隔は広がり, $0.2\mu\text{m}$ 以上になっている。Fig.15 (c) は, α が減少している時点の組織である。 γ' 粒子の凝集・粗大化はいつそう進み, 転位密度はさらに増加し, γ' 粒子に絡みついた転位線や転位線同志が絡まっているのが多く見られる。クリープ末期の Fig.15 (d) では, ほとんどの転位が複雑に絡み合い, γ' 粒子に幾重にも絡まり堆積している。クリープ損傷中の TEM 観察において, 転位は粒界に少なく, 粒内に転位が多かった。

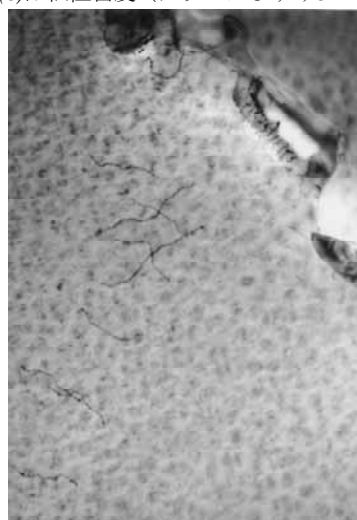
Fig.13-15 で示した SEM や TEM 観察結果と過去のクリープ損傷中の組織変化の研究報告^{(20)~(29)} から, Fig.10 に示すようにクリープ進行にともなう組織変化と減衰係数の関係を 3 段階に別け, 説明する。Fig.8 におけるクリープ曲線において, クリープひずみ速度は常に増加していることがわかる。ここで, クリープひずみ速度は式(4)のように記述する^{(28),(29)}。

$$\dot{\varepsilon} \sim A_3 \sigma^m n(\varepsilon) v(\varepsilon) \quad (4)$$

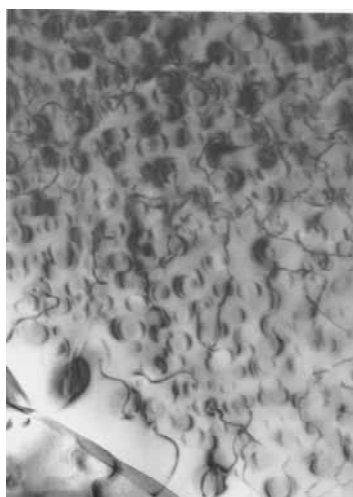
ここで σ は応力, $n(\varepsilon)$ は転位密度 (クリープひずみ ε の

時, 変形に寄与した転位密度), $v(\varepsilon)$ は転位の運動速度, A_3 , m は定数とする。

(1)第 1 段階 ($0 < t/t_r < 0.3$): Fig.8 より, ε は増加して



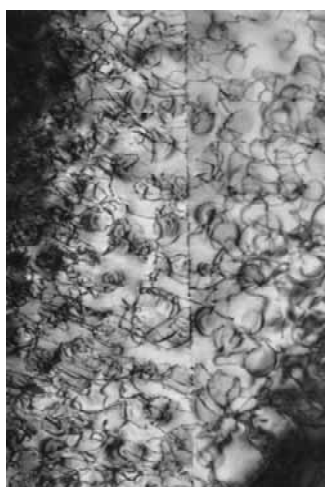
(a) $t/t_r=0$



(b) $t/t_r=0.23$



(c) $t/t_r=0.5$



(d) $t/t_r=0.88$

Fig.15 Transmission electron micrographs (a) before creep and at (b) $t/t_r=0.23$, (c) $t/t_r=0.5$ and (d) $t/t_r=0.88$ in *Continuous test* (140MPa, 1073K).

いることから、クリープ初期から転位の運動（すべり、増殖）が起こっていることがわかる。また、 γ' 粒子の凝集・粗大化が起きて(Fig.14 参照), γ' 粒子同士の間隔が広がっている。転位の固着点長さが大きくなり転位が動きやすくなる。その結果、 Λ が増大し、 L が大きくなり α が増加する。

(2)第2段階($0.3 \leq t/t_r < 0.5$) : t/t_r が0.3を超えると、クリープ進行とともに全転位密度はさらに増加する。 γ' 粒子の凝集・粗大化の速度は低下し(Fig.14参照), γ' 粒子同士の間隔の広がりも鈍る。その結果、 γ' 粒子への転位の堆積や転位同士の絡み合いが多くなり(Fig.15(c) 参照), 転位間隔も狭くなっていく。また転位間の相互作用が強くなり転位の運動に抗する応力を生じさせる⁽²⁶⁾。それにより可動転位密度 Λ が急激に低下し、 α の極大値が現れる。その時点のクリープひずみは2%程度であり、寿命の30%に相当する(Fig.8)。

(3)第3段階($0.5 \leq t/t_r$) : この段階は、 γ' 粒子の凝集・粗大化はほぼ終了する。クリープ進行とともに全転位密度は増加し続け、 γ' 粒子への転位の堆積や転位同士の絡み合いがさらに進み(Fig.15(d) 参照), 可動転位がなくなり、減衰係数はわずかに減少していく。 $t/t_r = 0.3$ 付近で現れた α のピークは、増殖した転位の絡み合いが始まった段階に対応すると考えられる。その付近では γ' 粒子の凝集・粗大の速度が一定になると領域と考えられる。SUS304鋼や2.25Cr-1Mo鋼においても同様にクリープ損傷過程の減衰係数のピーク現象を捕らえている^{(20),(21)}。このことは本測定法の普遍性を示すものである。また、電磁超音波共鳴法はクリープ進行に伴う材料全体の内部組織変化(転位組織や γ' 粒子の数密度や粒径)をとらえることができ、損傷評価および余寿命予測に有効であると考えられる。

5. 結 論

Ni基耐熱合金ワスパロイのクリープ損傷に伴う微視的組織の変化を、電磁超音波共鳴法により測定した超音波特性的(減衰係数と音速)の変化から評価した。以下のことが明らかになった。

- (1) 超音波減衰はクリープ寿命の35~40%の間で極大値を示した。その極大値がみられる時点は、増殖した転位の絡み合いの始まりと γ' 粒子の凝集・粗大の速度が一定になる時点と一致した。これは負荷応力に依存していなかった。
- (2) 超音波減衰は、クリープ損傷に対して敏感に反応し、それは結晶粒界と γ' 粒子による散乱減衰よ

りも、転位による吸収減衰に支配される。

- (3) 弦モデルにより、超音波減衰と転位組織および γ' の凝集・粗大の変化を対応つけられる。
- (4) 超音波減衰は、クリープひずみや時間より寿命消費率と良い相関関係を持つ。
- (5) Ni基耐熱合金材料のクリープ損傷評価と寿命予測を行える可能性を持っている。
- (6) 減衰係数と音速の両方をモニタリングすることで、より精度の高い寿命評価が可能になる。

参 考 文 献

- (1) R. Viswanathan, "Damage mechanism and life assessment of high temperature components", pp.1-20. and pp.225-228 (1989) ASM International, Metals Park, Ohio.
- (2) B. Raj, V. Moorthy, T. Jayakumar, R. K. Bhanu Sankara, "Assessment of microstructures and mechanical behavior of metallic materials through non-destructive characterization", *International Materials Review*, Vol. 48, pp.273-325 (2003).
- (3) R. B. Dooley, R. Viswanathan, editors, "Life Extension and Assessment of Fossil Power Plants", *Proceedings of Conference in Washington*, ERPICS5208, Electric Power Research Institute, Palo Alto, CA (1987).
- (4) G. Sposito, C. Ward, P. Cawley, P.B. Nagy and C. Scruby, "A review of non-destructive techniques for the detection of creep damage in power plant steels", *NDT & E International*, 43, pp.555-567 (2010).
- (5) B. Neubauer, and U. Wedel, "Rest life estimation of creep components by means of replica", *In Advances in Life Prediction Methods*, edited by D.A. Woodford, and J. R. Whitehead, ASME, New York, pp. 307-314.(1983).
- (6) R. T. Delong, "Standard Practice for Prediction and Evaluation of Field Metallographic Replicas", *ASTM E12-87*, (1987), Philadelphia.
- (7) C.E. Jaske, F. A. Simonen, D. B.Roach, "Predict Reformer Furnace Tube Life", *Hydrocarbon Processing*, vol. 62, pp. 63-68 (1983).
- (8) M. Hirao, and H. Ogi, "EMATs for Science and Industry: Nondestructive Ultrasonic Measurements", pp.1-92 and pp.1-196 (2003) Kluwer Academic Publishers, Boston.
- (9) T. Ohtani, H. Ogi and M. Hirao, "Ultrasonic

- attenuation peak during creep of a Nickel-base superalloy with electromagnetic acoustic resonance", *Journal of Society of Materials Science, Japan*, **Vol.53**, pp.692-698 (2004).
- (10) T. Ohtani, H. Ogi, and M. Hirao, "Acoustic Damping Characterization and Microstructure Evolution of Ni-Based Superalloy during Creep", *International Journal of Solids and Structures*, **Vol. 42**, pp. 2911-2928 (2005).
 - (11) K. Maruyama, C. Harada, and H. Oikawa, "A strain-time equation applicable up to tertiary creep stage", *Journal of Society of Materials Science, Japan*, **Vol.34**, pp.1289-1295 (1985).
 - (12) K. Maruyama and H. Oikawa, "An extrapolation procedure of creep data for St Determination: with special reference to Cr-Mo-V steel", *Transaction of American Society of Mechanical Engineering, Journal of Pressure and Vessel Technology*, **Vol.109**, pp.142-148 (1987).
 - (13) C. M. Fotunko, G. L. Petersen, B. B. Chick, M. C. Renken, and A. L. Preis, "Absolute measurement of elastic-wave phase and group velocities in lossy materials", *Review of Scientific Instruments*, **63**, pp.3477-3486 (1992).
 - (14) K. Goebbels, "Structure Analysis by Scattered Ultrasonic Radiation," in *Research Techniques in Nondestructive Testing V*, edited by R. S. Sharpe, Academic Press, New York, pp. 87-157 (1980).
 - (15) R. Truell, C. Elbaum, and B. B. Chick, "Ultrasonic methods in Solid State Physics", Academic Press, New York, pp. 159-249 (1969).
 - (16) A. Granato, and K. Lücke, "Theory of mechanical damping due to dislocations", *Journal of Applied Physics*, **27**, pp. 583-593 (1956).
 - (17) M. Hirao, H. Ogi, N. Suzuki, and T. Ohtani, "Ultrasonic attenuation peak during fatigue of polycrystalline copper", *Acta Materialia*, **48**, pp. 517-524 (2000).
 - (18) T. Ohtani, H. Ogi, and M. Hirao, "Ultrasonic attenuation monitoring of fatigue damage in low carbon steels with electromagnetic acoustic resonance", *Journal of Alloy and Compounds*, **310**, pp. 440-444 (2000).
 - (19) H. Ogi, Y. Minami, M. Hirao, "Acoustic study of dislocation rearrangement at later stages of fatigue: Noncontact prediction of remaining life", *Journal of Applied Physics*, **91**, pp. 1849-1854 (2002).
 - (20) T. Ohtani, H. Ogi, and M. Hirao, "Change of ultrasonic attenuation and microstructure evolution during creep of 2.25%Cr-1%Mo steels", *Metallurgical and Metal Transaction A*, **36A**, pp. 411-420 (2005).
 - (21) T. Ohtani, H. Ogi, and M. Hirao, "Creep-induced microstructural change in 304-type austenitic stainless steel", *Transaction of the ASME, Journal of Engineering Materials and Technology*, **Vol.126**, pp.234-242 (2006).
 - (22) C.R. Barrett, W.D. Nix, O. D. Sherby, "The influence of strain and grain size on the creep substructure of Fe-3Si", *Transaction ASM*, vol. 59, pp. 3-15 (1966).
 - (23) A. Orlova, and J. Cadek, "Some substructure aspects of high-temperature creep in metals", *Philosophical Magazine*, **28**, pp. 891-899 (1973).
 - (24) T. Hasegawa, Y. Ikeuchi, and S. Karashima, "Internal stress and dislocation structure during sigmoidal transient creep of a copper-16 at.-% aluminum alloy", *Metal Science Journal*, **6**, pp. 78-82 (1972).
 - (25) V. L. Sikka, H. Nahm, and J. Moteff, "Some Aspects of Sub-boundary and Mobile Dislocations during High Temperature Creep of AISI 316 and 304 Stainless Steels", *Materials Science and Engineering*, **20**, pp. 55-62 (1975).
 - (26) S. Takeuchi, and A. S. Argon, "Review Steady-State Creep of Single-phase Crystalline Matter at High Temperature", *Journal of Materials Science*, **11**, pp. 1542-1566 (1976).
 - (27) K. Okazaki, M. Hashimoto, and T. Sada, "An Approach on Nondestructive Detection of Creep Damage in SUS316 Steel Through Ultrasonic Attenuation Properties", *Journal of Society of Materials Science, Japan*, **41**, pp. 1729-1735 (1992).
 - (28) J. Cadek, "Creep in Metallic Materials", Elsevier, Amsterdam, pp.95-114 (1988).
 - (29) F. R. N. Nabarro, and H. L., de Villier, "The Physics of Creep: Creep and Creep-Resistant Alloys", Taylor & Francis Publisher, London, pp.15-43 (1995).